

ISOLASI DAN KARAKTERISASI DARI MINYAK BUNGA CENGKEH (*Syzigium aromaticum*) KERING HASIL DISTILASI UAP

Henny Prianto¹, Rurini Retnowati^{1*}, Unggul P. Juswono²

¹Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145

²Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835
Email: rretnowati@ub.ac.id

ABSTRAK

Minyak cengkeh diisolasi dari bunga cengkeh (*Syzigium aromaticum*) kering dan dikarakterisasi berdasarkan sifat fisik dan KG-SM. Isolasi dilakukan dengan metode distilasi uap selama 8 jam. Analisa penyusun minyak cengkeh dilakukan dengan KG-SM. Hasil isolasi diperoleh minyak cengkeh dengan rendemen 8,6% dengan sifat fisik yang memenuhi SNI 06-4267-1996, yaitu berwarna kuning muda, berbau khas cengkeh, indeks bias (20 °C) 1,5356 dan bobot jenis (15 °C) 1,0663. Hasil analisa menggunakan KG-SM menunjukkan bahwa minyak cengkeh mengandung 6 komponen yaitu, eugenol 81,2%, trans-karyofilen 3,92%, alfa-humulen 0,45%, eugenil asetat 12,43%, karyofilen oksida 0,25% dan trimetoksiasetofenon 0,53%. Fakta lain menunjukkan bahwa pengeringan bunga cengkeh menyebabkan hilangnya beberapa komponen dalam minyak cengkeh.

Kata kunci: distilasi uap, KG-SM minyak bunga cengkeh, *Syzigium aromaticum*

ABSTRACT

Clove oil were isolated from the dried bud of clove plant (*Syzigium aromaticum*) and were characterized based on physical properties and GC-MS. Isolation was done with steam distillation for 8 hours. Component analysis was done using GC-MS. The yield of clove bud oil is 8.6% with physical properties accorded with SNI 06-4267-1996, which is the colour is pale yellow, the odour specific likes clove, refraction index (20 °C) is 1.5356 and density (15 °C) is 1.0663. The results of GC-MS analysis show that clove bud oil contain 6 compounds, there are eugenol 81.2%; trans-caryophyllene 3.92%; alfa-humulene 0.45%; eugenyl acetate 12.43%, caryophyllene oxide 0.25% dan trimetoxycetophenon 0.53%. The research also show that the drying process of clove bud cause some component in clove bud oil were vaporized

Keywords: clove bud oil, GC-MS, steam distillation, *Syzigium aromaticum*

PENDAHULUAN

Minyak cengkeh merupakan minyak atsiri yang berasal dari tanaman cengkeh (*Syzigium aromaticum*), yang termasuk dalam famili *Myrtaceae*, yang banyak ditanam di Indonesia, India dan Madagaskar [1]. Minyak cengkeh telah banyak dimanfaatkan sebagai agen perasa dan pemberi aroma pada berbagai makanan dan campuran dalam rokok kretek karena aroma dan rasanya yang kuat dan pedas [2], selain itu minyak cengkeh memiliki aktivitas biologis karena mengandung eugenol dengan kadar tinggi, yaitu sebagai antiseptik dan analgesik pada

pengobatan gigi dan mulut [3], antifungal [4], antibakteri [5], antioksidan, antikarsinogen [6] dan anti radikal bebas [7].

Minyak cengkeh dapat diisolasi dari daun (1-4%), batang (5-10%), maupun bunga cengkeh (10-20%) [2]. Minyak atsiri dari bunga cengkeh memiliki kualitas terbaik dan harganya mahal karena rendemennnya tinggi dan mengandung eugenol mencapai 80-90% [1,8]. Kelimpahan komponen-komponen dalam minyak cengkeh bergantung dari jenis, asal tanaman, metode isolasi, dan metode analisa yang digunakan [1]. Minyak cengkeh umumnya diisolasi dari bunga cengkeh kering [9]. Proses pengeringan bertujuan sebagai teknik pengawetan bunga cengkeh setelah panen untuk keperluan berbagai industri makanan, farmasi, dan kosmetik. Pada penelitian Memmou dan Mahboub [10], bunga cengkeh segar didistilasi dan dihasilkan minyak cengkeh dengan eugenol sebanyak 47,57%, β -karyofilen 35,42%, eugenil asetat 13,42%. Namun selama ini belum ada riset tentang pengaruh pengeringan terhadap perubahan komponen dalam minyak cengkeh.

Isolasi minyak bunga cengkeh umum dilakukan menggunakan metode distilasi uap dan distilasi air. Kedua metode tersebut mudah dan aman bagi lingkungan karena tidak menggunakan pelarut organik berbahaya. Isolasi dengan distilasi uap menghasilkan minyak cengkeh dengan kandungan eugenol lebih tinggi daripada isolasi dengan distilasi air [9,11]. Distilasi bunga cengkeh diperlukan 8 sampai 24 jam untuk menghasilkan minyak cengkeh yang memenuhi persyaratan mutu SNI [9]. Berdasarkan penelitian Nurdjannah dan Hidayat [4], waktu optimum isolasi minyak cengkeh dari bunga cengkeh dengan distilasi uap adalah kurang dari 9 jam, sebab distilasi selama 9-12 jam tidak menghasilkan kenaikan rendemen yang signifikan, selain itu, kadar eugenol dalam minyak cengkeh cenderung menurun [8]. Hasil distilasi bunga cengkeh selama 9 jam menghasilkan rendemen 9,67% dengan kadar eugenol 71,56%, trans-karyofilen 11,63%, dan eugenil asetat 15,14% [4]

Berdasarkan uraian diatas, maka perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui sifat fisik dan komponen minyak bunga cengkeh hasil isolasi menggunakan metode distilasi uap selama 8 jam. Pengamatan sifat fisik minyak bunga cengkeh meliputi warna, bau, indeks bias, dan bobot jenis yang dikonfirmasi dengan SNI 06-4267-1996 sebagai standar mutu perdagangan di Indonesia [13]. Profil minyak bunga cengkeh dikarakterisasi menggunakan KG-SM untuk mengetahui komponen yang terkandung dalam minyak bunga cengkeh hasil distilasi uap sehingga dapat diketahui potensi dari minyak bunga cengkeh.

METODE PENELITIAN

Bahan dan alat

Bunga cengkeh kering diperoleh dari desa Sumbermanjing, kabupaten Malang, Jawa Timur, Indonesia. Bahan kimia yang digunakan antara lain magnesium sulfat heptahidrat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) merk Merck berderajat proanalisis, dan gas nitrogen (N_2). Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat distilasi uap dengan kapasitas 500 mL, refraktometer Abbe, piknometer, Kromatografi Gas–Spektrometer Massa (KG-SM) SHIMADZU-QP2010S.

Prosedur isolasi minyak bunga cengkeh menggunakan distilasi uap

Bunga cengkeh utuh dan kering ditimbang sebanyak 200 gram dan dimasukkan ke dalam labu distilasi leher 3. Kemudian dirangkai dengan seperangkat alat distilasi. Distilasi dilakukan selama 8 jam. Hasil distilasi ditampung dan dipisahkan menggunakan corong pisah. Molekul air dalam minyak cengkeh hasil distilasi diikat dengan penambahan $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang dipreparasi dari $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Minyak cengkeh bebas air dipisahkan dengan cara dekantasi, kemudian ditampung dalam botol *vial* dan permukaannya dialiri gas N_2 sebelum ditutup. Minyak bunga cengkeh yang dihasilkan ditimbang dan dihitung rendemennya. Minyak bunga cengkeh disimpan dalam lemari pendingin pada temperatur -18°C sebelum dikarakterisasi.

Karakterisasi sifat fisik minyak bunga cengkeh

Pengamatan bau dan warna dilakukan secara visual dan pengukuran indeks bias menggunakan refraktometer Abbe yang mengacu pada SNI 06-4267-1996. Pengukuran bobot jenis menggunakan piknometer dengan cara membandingkan antara bobot minyak dan bobot air pada volume dan temperatur yang sama [9].

Karakterisasi komponen minyak atsiri bunga cengkeh menggunakan KG-SM

Karakterisasi dilakukan dengan menginjeksikan $0,05\ \mu\text{L}$ minyak bunga cengkeh pada *syringe* KG-SM, dimana digunakan kolom kapiler Restek Rtx-5 MS sepanjang 30 m dengan fase diam 5%difenil/95%dimetilpolisiloksan. Gas Helium digunakan sebagai fase gerak dengan kecepatan alir $84,2\ \text{mL/menit}$ dan tekanan $12\ \text{kPa}$. Temperatur kolom $60\text{--}215\ ^\circ\text{C}$ ($10\ ^\circ\text{C/menit}$) dan temperatur injektor $225\ ^\circ\text{C}$. Split ratio 158,4. Identifikasi komponen berdasarkan perbandingan spektrum massa dari pustaka Wiley⁷.Lib dan NIST 2002 serta perbandingan terhadap hasil karakterisasi eugenol standar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi minyak bunga cengkeh menggunakan metode distilasi uap selama 8 jam

Isolasi minyak bunga cengkeh menggunakan metode distilasi uap selama 8 jam agar menghasilkan minyak dengan rendemen yang tinggi dan memenuhi standar mutu SNI. Bunga cengkeh yang digunakan dalam keadaan utuh dan kering agar menghasilkan minyak cengkeh dengan kadar eugenol yang tinggi [2,9]. Minyak cengkeh yang diperoleh sebanyak 17,27 gram dengan rendemen 8,6%. Isolasi minyak bunga cengkeh dengan distilasi uap selama 9 jam pada penelitian Nurdjannah dan Hidayat [4] menghasilkan rendemen 9,67%. Pada penelitian Sukandar, dkk. [3] distilasi bunga cengkeh selama 6 jam menghasilkan rendemen 6,5%. Sedangkan pada penelitian Guan *et al.* [11], isolasi minyak bunga cengkeh dengan distilasi uap selama 8 jam menghasilkan rendemen 10,1%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa lama distilasi berpengaruh terhadap rendemen minyak cengkeh. Selain itu, perbedaan metode isolasi, asal bunga cengkeh dan preparasi bunga cengkeh sebelum distilasi dapat mempengaruhi rendemen minyak cengkeh yang dihasilkan [2].

Karakterisasi sifat fisik minyak bunga cengkeh

Sifat fisik minyak cengkeh yang dikarakterisasi meliputi warna, bau, indeks bias, dan bobot jenis, dimana keempat parameter tersebut memiliki rentang nilai yang telah distandarkan sebagai syarat mutu perdagangan di Indonesia yang tercantum dalam SNI 06-4267-1996 [12]. Berdasarkan Tabel 1, sifat fisik minyak bunga cengkeh hasil distilasi uap telah memenuhi persyaratan mutu SNI 06-4267-1996 yang berarti minyak bunga cengkeh tersebut telah memenuhi standar kualitas untuk perdagangan minyak atsiri di Indonesia.

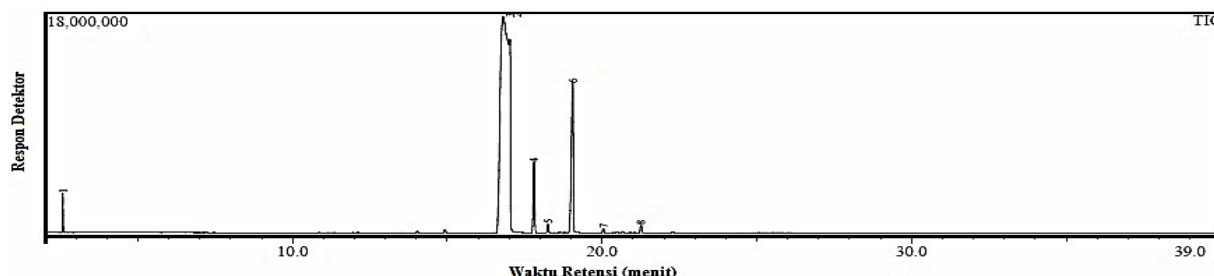
Tabel 1. Karakteristik minyak cengkeh hasil distilasi uap terhadap SNI 06-4267-1996

	Hasil riset	SNI 06-4267-1996
Warna	Kuning muda	Tidak berwarna – kuning muda
Bau	Khas minyak cengkeh	Khas minyak cengkeh
Indeks Bias (20 °C)	1,5356	1,529-1,537
Bobot jenis (15 °C)	1,0663	1,040-1,070

Karakterisasi komponen minyak bunga cengkeh menggunakan KG-SM

Karakterisasi menggunakan KG-SM dilakukan dengan tujuan mengetahui komposisi kimia dari minyak bunga cengkeh hasil distilasi uap. *Total Ionic Chromatogram* (TIC) hasil dari KG-SM ditunjukkan pada Gambar 1. Gambar tersebut menunjukkan puncak dari komponen-komponen dalam minyak bunga cengkeh. Karakterisasi eugenol standar menggunakan KG-SM dengan kondisi operasional yang sama bertujuan mengkonfirmasi

eugenol dalam minyak bunga cengkeh hasil distilasi uap dengan eugenol standar. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa waktu retensi eugenol dalam minyak cengkeh (16,791 menit) relatif sama dengan waktu retensi eugenol standar (16,608 menit).



Gambar 1. TIC minyak bunga cengkeh hasil distilasi uap selama 8 jam

Tabel 2. Komponen minyak bunga cengkeh hasil distilasi uap

NO	Nama Senyawa	Waktu retensi (menit)	Area (%)
1.	Eugenol	16,791	81,2
2.	trans(beta)-Karyofilen	17,797	3,92
3.	alfa-Humulene	18,255	0,45
4.	Eugenil asetat	19,051	12,43
5.	Karyofilen oksida	20,039	0,25
6.	Trimetoksiasetofenon	21,254	0,53

Berdasarkan Tabel 2, minyak cengkeh hasil distilasi uap mengandung 6 komponen teridentifikasi yang mewakili 98,78% dari minyak bunga cengkeh. Dari 6 komponen tersebut, 3 diantaranya memiliki cincin aromatis dengan persentase area yang besar yaitu eugenol, eugenil asetat, trimetoksiasetofenon, dan 3 lainnya merupakan senyawa golongan sesquiterpen yaitu trans-karyofilen, alfa-humulen, dan karyofilen oksida.

Tabel 3. Persentase komponen pada berbagai minyak bunga cengkeh

No	Autor/Pustaka	Komponen (%)		
		Eugenol	Eugenil asetat	trans-Karyofilen
1.	Alma <i>et al.</i> /[1]	87,00 ^a	8,01 ^a	3,56 ^a
2.	Nurdjannah dan Hidayat/[12]	71,56 ^a	15,14 ^a	11,63 ^a
3.	Guan <i>et al.</i> /[11]	58,20 ^a	13,84 ^a	20,59 ^a
4.	Memmu and Mahboub/[10]	47,60 [*]	13,40 [*]	35,40 [*]
5.	Srivastava <i>et al.</i> /[8]	70,00 ^b	2,10 ^b	19,50 ^b
Hasil penelitian		81,20 ^a	12,43 ^a	3,92 ^a

^adistilasi uap; ^bdistilasi air; *bunga cengkeh segar

Tabel 3 menunjukkan bahwa terdapat perbedaan komposisi minyak cengkeh hasil isolasi dari masing-masing penelitian diatas. Komponen yang dibandingkan adalah eugenol, eugenil asetat, dan trans-karyofilen karena ketiga senyawa tersebut diketahui merupakan

komponen utama penentu kualitas dari minyak cengkeh [1]. Penelitian sebelumnya melaporkan bahwa distilasi bunga cengkeh kering menghasilkan minyak cengkeh yang mengandung 31 senyawa pada penelitian Bhuiyan *et al.* [13], 18 senyawa pada penelitian Alma *et al.* [1], dan 35 senyawa pada penelitian Srivastava *et al.* [8]. Perbedaan jenis senyawa teridentifikasi dan persentase komponen dalam minyak bunga cengkeh disebabkan oleh perbedaan sampel bunga cengkeh yang digunakan, preparasi sebelum distilasi, dan metode distilasi. Komponen minyak bunga cengkeh dipengaruhi oleh nutrisi dalam tanah tempat tanaman cengkeh tumbuh, sehingga letak geografis tanaman cengkeh mempengaruhi komponen dalam minyak cengkeh [8]. Proses pengeringan bunga cengkeh sebelum distilasi dapat mempengaruhi komposisi minyak cengkeh [9,10]. Pada penelitian Memmou and Mahboub [10] yang melakukan distilasi terhadap bunga cengkeh segar, persentase eugenol dari minyak cengkeh yang dihasilkan relatif rendah sedangkan persentase trans-karyofilen relatif tinggi. Hal ini dapat terjadi karena pada saat pengeringan memungkinkan terjadi penguapan komponen dalam minyak cengkeh, namun proses pengeringan ini dapat meningkatkan persentase eugenol dalam minyak cengkeh hasil isolasi. Selain itu, jenis kolom dan pengaturan kondisi operasional pada KG-SM juga dapat mempengaruhi hasil pemisahan komponen minyak bunga cengkeh.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka kesimpulan yang dapat diambil adalah minyak cengkeh diisolasi dari bunga cengkeh menggunakan distilasi uap selama 8 jam dan menghasilkan rendemen sebanyak 8,6%. Minyak bunga cengkeh yang dihasilkan berwarna kuning muda, berbau khas minyak cengkeh, indeks biasnya (20°C) 1,5356 dan bobot jenisnya (15°C) 1,0663, yang mana telah memenuhi persyaratan mutu SNI 06-4267-1996. Berdasarkan analisa menggunakan KG-SM, minyak bunga cengkeh mengandung eugenol 81,2%, trans-karyofilen 3,92%, alfa-humulene 0,45%, eugenil asetat 12,43%, karyofilen oksida 0,25% dan trimetoksiasetofenon 0,53%.

DAFTAR PUSTAKA

1. Alma, M.H., M. Ertas, S. Nitz, H. Kollmannsberger, 2007, Chemical Composition and Content of Essential Oil from The Bud of Cultivated Turkish Clove (*Syzygium aromaticum* L.), *J. Bio Resources*, 2(2), pp.265-269.
2. Nurdjannah, N., 2004, Diversifikasi Tanaman Cengkeh, *J. Perspektif*, 3(2), Hal. 61–70.

3. Sukandar, D., N. Radiastuti, dan Khoeriyah, 2010, Karakterisasi Senyawa Aktif Anti Bakteri Minyak Atsiri Bunga Cengkeh (*Syzygium aromaticum* L.), *JKTI*, 12(1).
4. Nurdjannah, N dan T Hidayat, 1994, Pengaruh Cara dan Waktu Distilasi terhadap Mutu Minyak Bunga Cengkeh, *Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat*, 9(2).
5. Ayoola, G.A., F.M. Lawore, T. Adelowotan, I.E.Albinu, E.Adenipekun, H.A.B. Coker, and T.O. Odugbemi, 2008, Chemical Analysis and Antimicrobial Activity of The Essential Oil of *Syzygium aromaticum* (Clove), *African Journal of Microbiology Research*, 2, pp. 162-166.
6. Arenas, Merchan D.R., A.M. Acevedo, L.Y. Mendez, V.V. Kouznetsov, 2011, Scavenger Activity Evaluation of the Clove Bud Essential Oil (*Eugenia caryophyllus*) and Eugenol Derivatives Employing ABTS+• Decolorization, *Science Pharmacy Research Article*, 79, pp.779-791.
7. Nurjannah, D.A, R. Retnowati, U.P. Juswono, 2013, Aktivitas Antioksidan dari Minyak Bunga Cengkeh (*Syzygium aromaticum*) Kering Berdasarkan Aktivitas Antiradikal yang Ditentukan Menggunakan ESR, *Kimia Student Journal*, Universitas Brawijaya, Malang.
8. Srivastava A.K., SK Srivastava, K.V. Syamsundar, 2005, Bud and Leaf Essential Oil Composition of *Syzygium aromaticum* from India and Madagascar, *Flavour Fragr. J.*, 20, pp.51-53.
9. Guenther, E., 2011, *Minyak Atsiri Jilid I*, diterjemahkan oleh Ketaren, 1987, Jakarta, UI-Press.
10. Memmou, F., R. Mahboub, 2012, Composition of Essential Oil from Fresh Flower of Clove, *Jour. Of Sci. Res. In Phar*, 1(2), pp. 33-35.
11. Guan W., Li S., Yan R., Tang S., Quan C., 2007, Comparison of Essential Oil of Clove Bud Extracted with Supercritical Carbon Dioxide and Other Three Traditional Extraction Methods, *Food. Chem.*, 101, pp. 1558-1564.
12. Badan Standar Nasional Indonesia, 1996, *SNI 06-4267-1996 tentang Minyak Bunga Cengkih*, ICS 71.100.60.
13. Bhuiyan M.N.I., Begum J., Nandi N.C., Akter F. , 2010, Constituents of The Essential Oil from Leaves and Buds of Clove (*Syzygium caryophyllatum* (L.) Alston), *Afri. J. Plant. Sci.* 4(11), pp.451-454.